

# 用活性炭吸附-解吸法从低品位黑钨精矿中回收高纯三氧化钨技术

P. Misra 等

本文报道了采用活性炭吸附-解吸法从低品位黑钨精矿(典型含量为26.7%WO<sub>3</sub>)中回收钨的试验室研究结果。该方法主要包括碱熔-浸出,使钨以钨酸钠形式转入水相中,然后用活性炭在pH值1.8或低于1.8条件下吸附钨,以NaOH为解吸剂将钨从载钨炭上解吸下来,再用化学沉淀法回收纯氧化钨。本文还报道了用活性炭吸附和解吸工作的详细研究结果。试验中首先用人工溶液得到吸附和解吸的最佳条件,然后再用低品位钨精矿的浸出液进行试验。

## 前 言

已知在印度的许多地方存在品位很低的黑钨矿及白钨矿,但是大部分矿床的储量不太大。主要一座黑钨矿床位于拉贾斯坦的德加纳,目前在那里进行土法生产钨。该矿床经开采和选矿得到了不同品位的含钨精矿,品位超过67%WO<sub>3</sub>部分可直接采用常规处理法回收钨,其它钨品位低的部分,不能用一般方法回收,所以必须进行预处理以便制备钨的中间产品。为了处理这些低品位精矿,最适宜的方法之一是碱熔,然后用湿法冶金方法生产纯的含钨中间产品<sup>[1]</sup>。用于制备纯氧化钨中间产品的湿法冶金方法大致分成两类,一类属于化学处理,另一类属于溶剂萃取<sup>[2-4]</sup>。另一类有吸引力的回收钨的方法是采用炭吸附。活性炭非常适用于回收贵金属<sup>[5-6]</sup>以及难熔金属,诸如钼<sup>[7,8]</sup>及钨<sup>[9]</sup>。但用于钨的研究工作未见报道。在含有钨阴离子的溶液中,钨被活性炭吸附。钨在水溶液中以阴离子形式存在<sup>[1]</sup>,尤以W<sub>12</sub>O<sub>42</sub><sup>8-</sup>形式<sup>[10]</sup>占优势,它被活性炭吸附。载钨活性炭与适当浓度的碱溶液接触,钨则被解吸。在本研究工作中,首先用人工合成的钨酸钠溶液进行研究,确定钨在活性

炭上吸附以及从载钨炭上解吸的最佳参数。然后应用到从处理低品位黑钨精矿得到的浸出液中回收钨的试验研究中。

## 试 验

### 物 料

本研究工作所采用的钨精矿,从(M/S)拉贾斯坦国家钨开发公司的德加纳矿山得到,其品位为26.7%WO<sub>3</sub>。试验中用的人工溶液采用化学纯试剂配制,并用该溶液确定试验参数。吸附-解吸试验用的活性炭为细粒状。

### 方 法

试验室研究在玻璃器皿中进行。将已知量氧化钨溶解于苛性钠溶液而制备人工溶液,供研究活性炭吸附-解吸的最佳参数用。该最佳参数再用于从浸出液中回收钨。采用火法冶金与湿法冶金相结合的方法,将钨精矿经加碱焙烧,水/碱浸出而制备浸出液。吸附试验按如下方式进行:将钨溶液与一定量的活性炭混合,用磁力搅拌器搅拌,在一定pH值及温度条件下搅拌到预定时间,然后过滤,分析滤液中钨量,以便计算被吸附的钨量。溶液中的钨用辛可宁盐酸溶液进行分析。载钨炭经洗涤,再与氢氧化钠溶液

接触,使钨转到水相,然后以钨酸形式沉淀钨,最后煅烧成 $WO_3$ 粉末。 $WO_3$ 粉末中的杂质含量用光谱法分析。

## 结果与讨论

### 吸 附

50g细粒活性炭与500mL含 $WO_3$ 10g/L的溶液在室温下接触6h达平衡,所得活性炭吸附的钨量随溶液pH值的变化情况示于图1,由图1看出,在溶液pH值为1.8或更低时, $WO_3$ 的吸附率为100%,此值是由被吸附在活性炭上的 $WO_3$ 量与原液中 $WO_3$ 量之比计算得到。当pH值为1.8时,根据被吸附的 $WO_3$ 重量与活性炭重量之比测得活性炭上负载的钨量约为10%。图2示出活性炭负载容量的测定结果。根据10g活性炭与500mL溶液经96h接触平衡,然后分析吸附尾液中钨含量计算求得,活性炭吸附钨离子的负载容量,按 $WO_3$ 计为28.2%。

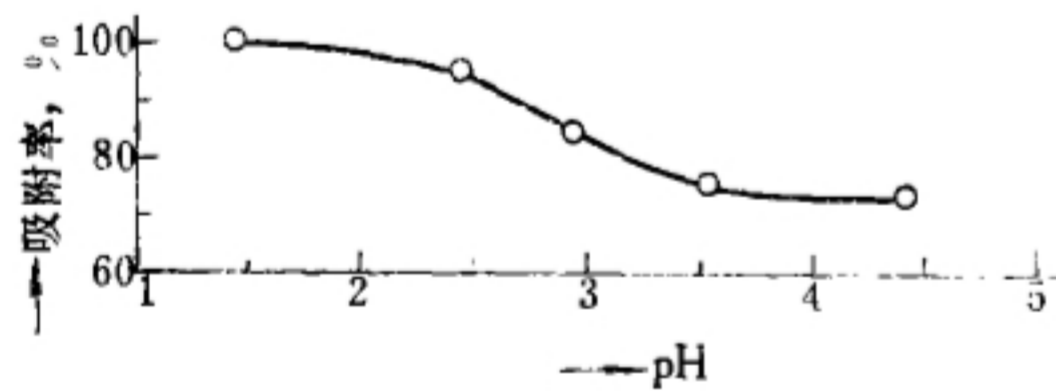


图1 pH值对活性炭吸附 $WO_3$ 吸附率的影响

条件: 活性炭50g, 500mL含10g/L  $WO_3$ 溶液, 接触时间6h

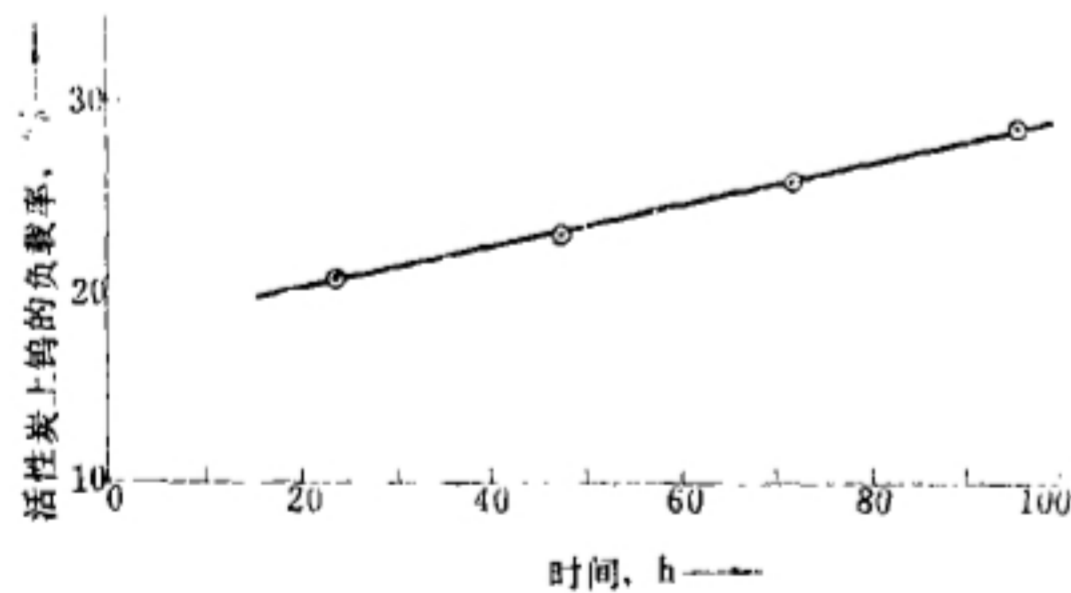


图2 时间对活性炭载钨量的影响

条件: 活性炭10g, 500mL含10g/L  $WO_3$ 溶液, pH1.8

另一组试验是为了测定在室温下达到钨的最高吸附量所需的最小接触时间。实验结果列于表1。由表1数据看出,当接触时间为1h,75%以上的钨被吸附在细粒活性炭上,在6h后,吸附率达100%。

另一组是关于活性炭用量及 $WO_3$ 浓度对吸附行为影响试验,研究结果示于图3及图4。从图3看出,在同样条件下吸附量随炭量的减少而降低,由此表明当 $WO_3$ 吸附率为100%时,活性炭的载钨量约为10% $WO_3$ 。由图4可以看出,当 $WO_3$ 浓度为7-10g/L时,吸附量达最大值。在 $WO_3$ 浓度更高时,吸附率明显降低,这主要是由于活性炭的量

表1 钨在活性炭上的吸附结果

序号	时间, h	吸附率, %
1	1	77.0
2	4	86.6
3	6	100.0

条件: 50g活性炭, 500mL含10g/L  $WO_3$ 溶液, pH 1.8

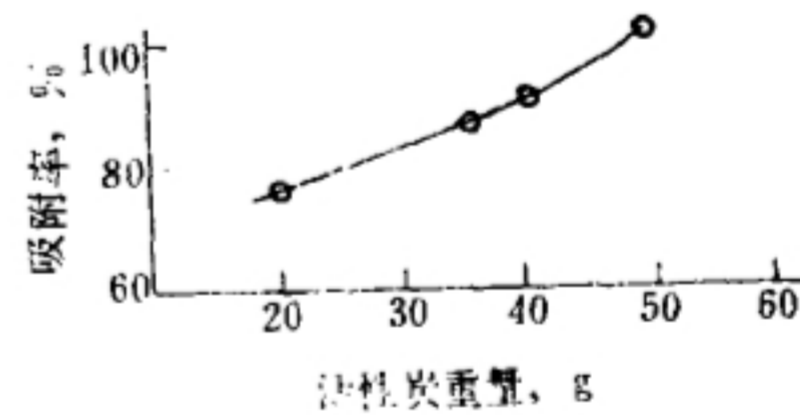


图3 活性炭重量对吸附率的影响

条件: 500mL含10g/L  $WO_3$ 溶液, 接触时间6h, pH1.8

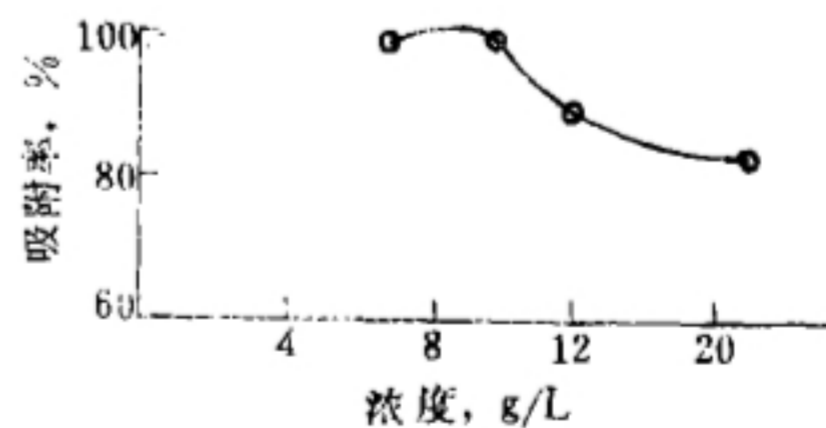


图4  $WO_3$ 浓度对吸附率的影响

条件: 活性炭50g, 溶液500mL, pH1.8, 接触时间6h

一定, 没有随 $WO_3$ 浓度增加而增加的缘故。因此, 从人工制备的 $WO_3$ 溶液中, 活性炭的吸附率达到大约 100% 时的最佳操作参数如下:

pH 1.8—2; 温度 30—50℃(室温)  
接触时间 6 h; 活性炭的载钨量 10%  
溶液 $WO_3$ 浓度 7—10g/L。

采用人工溶液所确定的试验参数, 对处理德加纳精矿得到的含钨浸出液进行吸附性能研究, 得到的结果与人工溶液的结果相似。

### 解 吸

用1—1.5N NaOH 溶液在不同接触时间及不同温度下从载钨炭上解吸时的试验结果列于表 2。由表 2 数据看出, 在室温下接触4—5 h, 约有 91% $WO_3$ 解吸到溶液中。对钨的解吸来说, 其解吸速度及解吸率与从负载钼或钒的活性炭上解吸钼或钒相比要低<sup>[7,9]</sup>。其原因可能是由于钼与钒这些金属, 在被吸附的条件下存在的离子形式与解

表 2 从载钨活性炭上解吸钨的试验结果\*

序号	解吸剂	温度, ℃	时间, h	解吸率, %
1	1 N NaOH	室温	1.5	87
2	1 N NaOH	室温	4.5	91
3	1.5 N NaOH	室温	4.5	90
4	1 N NaOH	60	1.0	87
5	28% $NH_4OH$	60	1.0	87

\* 溶液体积500mL。

吸时明显不同而造成的。而己知钨在吸附和解吸过程中仅以阴离子形式存在。

### 钨酸沉淀

在加入氧化剂到温度为60—70℃的解吸液后, 简单地调整溶液的pH值, 即可完成钨的沉淀, 所得到的钨酸经干燥, 然后在约500℃下煅烧, 得到氧化钨粉末。其光谱分析结果列于表 3。结果表明该粉末可用于生产金属钨及碳化钨。

表 3 三氧化钨分析结果

杂 质	含量, ppm
Al	>50
Cr	20
Fe	>50
Mg	>20
Mn	< 1
Ni	< 2
Si	>250
Sn	10

### 结 论

实验室规模的研究证明, 用活性炭吸附-解吸法从一般加工钨矿石得到的浸出液制备纯 $WO_3$ , 技术上是可行的。该方法有可能代替目前的溶剂萃取法或通用的化学加工法。

### 参 考 文 献 (略)

[章慧英 译自《Minerals Engineering》  
3(6), 625—630(1990) 夏德长 校]

### 敬 告 读 者

1992年《湿法冶金》(季刊)每期改为72页, 定价 2.00元、全年 8.00 元。现已开始征订工作, 凡欲订阅单位和个人, 请速向我部索取订单办理订阅手续。

《湿法冶金》编辑部